

Accession Nbr :

1979-51305B [28]

Title :

Colouring cellulosic textiles with disperse dyes - contg. carboxylic ester gps., by fixing in presence of polyfunctional aliphatic cpd.

Derwent Classes :

A11 A23 A35 E24 F06

Patent Assignee :

(FARH) HOECHST AG

Inventor(s) :

REINHARDT F

Nbr of Patents :

8

Nbr of Countries :

6

Patent Number :

GB2011483 A 19790711 DW1979-28 *

JP54096186 A 19790730 DW1979-36

DE2811167 A 19790920 DW1979-39

FR2413497 A 19790831 DW1979-41

US4224026 A 19800923 DW1980-41

GB2011483 B 19820818 DW1982-33

DE2811167 C 19851010 DW1985-42

IT1102774 B 19851007 DW1987-09

Priority Details :

1978DE-2811167 19780315; 1977DE-2758579 19771229

IPC s :

D06P-001/16 D06P-003/60

Abstract :

GB2011483 A

Fast colourations (esp. paddings and prints) are obtnd. on cellulosic fibrous material by treating with aq. compsn. contg. a disperse dye (I) having $>=1$ carboxylic ester gp. The dye is then fixed by steaming and/or dry heat in presence of a cpd. (II) contg. >1 OH and/or NH₂ gps. linked to aliphatic C. The material may contain $<=70$ wt. % synthetic, esp. polyester fibres.

Pref. each kg or litre of compsn. contains 1-200(50-150) g (II); 1-150 (10-100)g acid or alkaline fixation catalyst (or their precursors); 1-150 g swelling agent; and 10-100 (20-80)g (I).

USE/ADVANTAGE

Disperse dyes can now be used to colour cellulosics and polyester simultaneously.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑯ BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑯ **Patentschrift**
⑯ **DE 2811167 C2**

⑯ Int. Cl. 4:

D 06 P 3/60

D 06 P 3/84

⑯ Aktenzeichen: P 28 11 167.3-43
⑯ Anmeldetag: 15. 3. 78
⑯ Offenlegungstag: 20. 9. 79
⑯ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 10. 10. 85

DE 2811167 C2

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑯ Patentinhaber:

Hoechst AG, 6230 Frankfurt, DE

⑯ Erfinder:

Reinhardt, Friedrich, Dipl.-Chem. Dr., 6232 Bad Soden, DE

⑯ Im Prüfungsverfahren entgegengehaltene
Druckschriften nach § 44 PatG:

Textilbericht, 1978, Ref. T 876/78;

⑯ Verfahren zur Herstellung echter Klotzfärbungen und Drucke auf Cellulosefasermaterialien und deren
Mischungen mit Polyesterfasern

DE 2811167 C2

Patentansprüche:

5 1. Verfahren zur Herstellung echter Klotzfärbungen und Drucke auf Cellulosematerialien und deren Mischungen mit Polyesterfasern, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Materialien wäßrige Zubereitungen von Dispersionsfarbstoffen aufbringt, die mindestens eine veresterte Carboxylgruppe enthalten und die Färbungen durch Dämpfen und/oder Trockenhitze in Gegenwart einer Verbindung, die mehrere aliphatisch gebundene Hydroxy- und/oder Aminogruppen enthält, fixiert.

10 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Fixierung in Gegenwart eines sauren oder basischen Katalysators erfolgt.

15 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Farbstoffzubereitung pro kg oder Liter 1 bis 200 g einer oder mehrerer Verbindungen enthalten, die mindestens 2 Hydroxy- und/oder Aminogruppen aufweisen.

4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Farbstoffzubereitungen pro kg oder Liter 1 bis 150 g einer Säure oder eines Säurespenders bzw. einer Base oder eines Alkalispenders enthalten.

Das Färben und Bedrucken von Mischmaterialien aus Cellulose- und Polyesterfasern bringt aufgrund der unterschiedlichen Affinität für die Farbstoffe eine Reihe von Problemen mit sich. Beim Pigmentdruck wird der textile Charakter der Ware beeinträchtigt, und bestimmte Echtheitseigenschaften sind unbefriedigend. Das Arbeiten mit Mischfarbstoffsystemen ist teuer, da der jeweils nicht anfärbende Farbstoffanteil ausgewaschen werden muß, was eine Abwasseraufarbeitung erfordert. Die Bemühungen gehen deshalb dahin, Mischmaterialien mit einer einzigen Farbstoffklasse zu färben. Da auf Polyestermaterial in erster Linie Dispersionsfarbstoffe appliziert werden können, konzentrieren sich die Anstrengungen darauf, diese Farbstoffklasse auch auf Cellulosefasern mit befriedigenden Echtheiten zu fixieren.

Aus der DE-PS 18 11 796 ist es bekannt, ausgewählte Dispersionsfarbstoffe mit einer gewissen Substantivität für Cellulosefasern auf einem mit Quellmitteln vorbehandelten Cellulosematerial zu applizieren. Die erforderlichen hohen Quellmittelmengen verteuren nicht nur das Verfahren, sondern bringen auch anwendungstechnische Nachteile mit sich.

30 Es wurde nun gefunden, daß Dispersionsfarbstoffe, die mindestens eine veresterte Carboxylgruppe enthalten, auf Cellulosematerialien echte Klotzfärbungen und Drucke ergeben, wenn die Fixierung der Färbungen durch Dämpfen und/oder Trockenhitze in Gegenwart von Verbindungen erfolgt, die mehrere aliphatisch gebundene Hydroxy- und/oder Aminogruppen enthalten. Vermutlich kommt es hierbei in mehr oder weniger großem Ausmaß zu einer Umwandlung der Esterfunktion durch Umesterung bzw. Amidbildung mit den mehrwertigen Alkoholen oder Aminen und somit zu einer Vergrößerung des Farbstoffmoleküls.

35 Gegenstand der Erfindung ist somit ein Verfahren zur Herstellung echter Klotzfärbungen und Drucke auf Cellulosematerialien und deren Mischungen mit Polyesterfasern, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man auf die Materialien wäßrige Zubereitungen von Dispersionsfarbstoffen aufbringt, die mindestens eine veresterte Carboxylgruppe enthalten und die Färbungen durch Dämpfen und/oder Trockenhitze in Gegenwart einer 40 Verbindung, die mehrere aliphatisch gebundene Hydroxy- und/oder Aminogruppen enthält, fixiert.

45 Die erwähnte Umesterung bzw. Amidierung kann sowohl im sauren als auch im alkalischen Milieu erfolgen. Besonders vorteilhaft ist eine Verfahrensweise, bei welcher sich der pH-Wert während des Fixierungsvorgangs vom schwach sauren in den alkalischen Bereich verschiebt. Auf diese Weise kann bei der Färbung von Polyester-Cellulosefaser-Mischmaterialien der Farbstoff in den Polyesterfaseranteil im sauren pH-Bereich umgestört eindringen.

50 Als Verbindungen, die eine Umesterung bewirken können, kommen insbesondere 2- und mehrwertige niedermolekulare aliphatische Alkohole in Betracht, beispielsweise Glykole, Glyzerin, Pentaerythrit, 1,1,1-Trimethyloläthan und -propan, Hexan-1,3,5-triol, Cyclohexan-1,4-diol, 1,4-Bismethylol-cyclohexan oder Zuckeralkohole, wie beispielsweise Sorbit oder Mannit.

55 55 Als mehrfunktionale Amine, die eine Amidierung eingehen können, kommen beispielsweise Äthylendiamin, Propylenediamin, Diäthylentriamin, Dipropylentriamin, Tetramethylendiamin, Hexamethylendiamin oder Piperazin in Betracht.

60 Geeignet sind auch entsprechende Oxalkylierungsprodukte, wie beispielsweise Triäthanolamin, die neben den alkoholischen Gruppen auch noch Aminfunktionen enthalten können, wie beispielsweise Äthanolamin oder Diäthanolamin.

65 Pro kg Druckpaste bzw. pro Liter Färbeflotte, insbesondere Klotzflotte, werden vorteilhaft 1 bis 200 g, vorzugsweise 50 bis 150 g der Verbindungen eingesetzt, die mindestens 2 Hydroxy- oder/und Aminogruppen enthalten.

Als saure Katalysatoren können schwache bis mittelstarke anorganische Säuren bzw. saure Salze von anorganischen Säuren oder sauer hydrolysierende Metallsalze anorganischer Säuren sowie organische Mono- oder Polycarbonsäuren bzw. deren als Säurespender fungierende Ester, Amide oder Ureide verwendet werden. Als alkalische Katalysatoren kommen Ammoniumhydroxid, Alkali- oder Erdalkalihydroxide bzw. Ammonium-, Alkali- oder Erdalkalisalze von schwachen oder mittelstarken anorganischen oder organischen Säuren, beispielsweise halogenierten Alkan-carbonsäuren, oder organische Stickstoffbasen in Betracht. Zweckmäßig werden 1 bis 150 g, insbesondere 10 bis 100 g Säure oder Säurespender bzw. Alkali- oder Alkalispender pro kg Druckpaste oder pro Liter Färbeflotte, insbesondere Klotzflotte, eingesetzt.

Gegebenenfalls können den Färbeflotten bzw. Druckpasten auch noch 1 bis 150 g pro kg Druckpaste bzw. pro Liter Klotzflotte eines Quellmittels zugegeben werden, wie sie in der DE-PS 18 11 796 bzw. DE-OS 25 51 432 beschrieben sind.

28 11 167

Als Synthesefasern kommen beispielsweise Celluloseacetatfasern, insbesondere jedoch Polyesterfasern, vor allem Polyäthylenglycolterephthalat, in Betracht.

Für das erfundungsgemäße Verfahren werden als Verdickungen für die Farbmittelzubereitungen die üblichen alkalibeständigen Verdickungsmittel eingesetzt, vorzugsweise verätherte Johannisbrotkernmehlderivate.

Die Fixierung der Klotzfärbungen bzw. Drucke erfolgt in bekannter Weise durch Dämpfen und/oder Trockenhitze, und zwar durch eine Behandlung von 1 bis 15 Minuten im Satt dampf bzw. im überhitzen Dampf von 160 bis 190°C und/oder eine Trockenhitzebehandlung, insbesondere eine Heißluftfixierung von 20 bis 90 sec bei 170 bis 210°C.

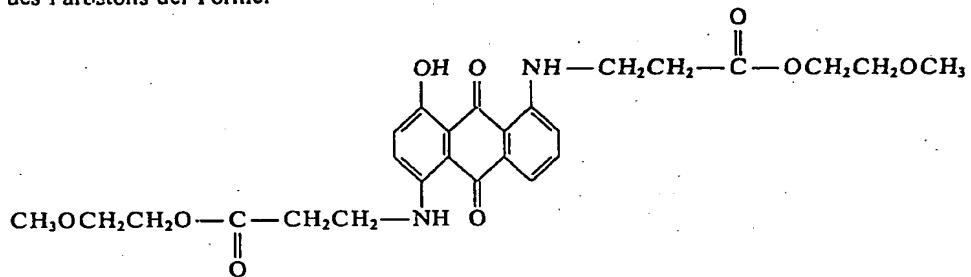
Die Nachbehandlung der fixierten Färbungen wird in bekannter Weise vorgenommen, beispielsweise 1 bis 15 Minuten bei 60 bis 95°C mit Flotten, die anionaktiv oder nicht ionogene Waschmittel enthalten.

In den folgenden Beispielen beziehen sich Prozentangaben auf das Gewicht.

Beispiel 1

Ein Baumwollgewebe wird mit einer Druckfarbe folgender Zusammensetzung bedruckt:

80 g des Farbstoffs der Formel



werden in

10 g Natronlauge, 32,5%ig, und
 150 g Wasser dispergiert. Die Dispersion wird in
 500 g einer 5%igen wäßrigen Lösung eines Johannisbrotkernmehlcarboxymethyläthers als Verdickungsmittel
 eingerührt. Zu der Druckpaste werden
 50 g n-Hexan-1,3,5-triol und
 120 g Weinsäurediäthylester zugegeben. Mit
 90 g Wasser oder der genannten Verdickung wird auf
 1000 g aufgefüllt.

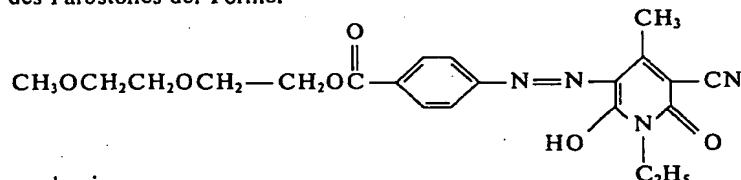
Das bedruckte und getrocknete Gewebe wird 8 Minuten bei 170°C mit überhitztem Dampf gedämpft, anschließend gründlich gespült, 10 Minuten bei 95°C mit 1 g/l eines 30fach oxäthylierten Nonylphenols behandelt, nochmals gespült und getrocknet.

Man erhält einen blauen Druck mit guten Echtheiten.

Beispiel 2

Ein Zellwollgewebe wird mit einer Färbeblotte folgender Zusammensetzung geklotzt:

60 g des Farbstoffes der Formel



werden in

10 g Natronlauge, 32,5%ig, und
150 g Wasser dispergiert.
Die Dispersion wird in
100 g einer 5%igen wäßrigen Lösung eines Johannisbrotkernmehlcarboxymethyläthers eingerührt. Zu der
Mischung werden
50 g Glycerin und
80 g Natrium-monochloracetat zugegeben. Mit
550 g Wasser wird auf
1000 g aufgefüllt.

28 11 167

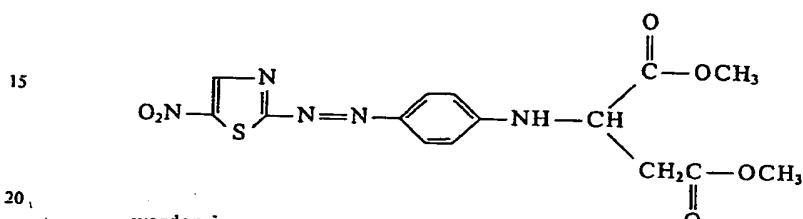
Das geklotzte und getrocknete Gewebe wird 5 Minuten bei 100°C im Satt dampf gedämpft, dann gespült und 10 Minuten bei 95°C geseift, erneut gespült und getrocknet.
Dabei entsteht eine gelbe Färbung mit guten Echtheiten.

5

Beispiel 3

Ein Mischgewebe auf 50% Polyäthylenglykoltetraphthalatfasern und 50% Celluloseregeneratfasern wird mit einer Druckfarbe folgender Zusammensetzung bedruckt:

10 200 g einer 10%igen Einstellung des Farbstoffs der Formel



100 g Wasser dispergiert und in
500 g einer 5%igen wäßrigen Lösung eines verätherten Guarkernmehls als Verdickung eingerührt. Zu der
25 Druckpaste werden
120 g Pentaerythrit und
10 g Natriumformiat zugegeben. Mit
70 g Wasser oder der genannten Verdickung wird auf
30 1000 g vervollständigt.

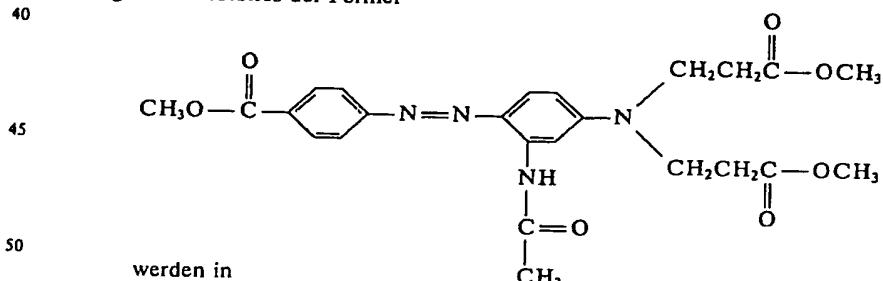
Das bedruckte und getrocknete Gewebe wird auf dem Heißluftfixierrahmen 60 Sekunden auf 200°C erhitzt,
dann gründlich gespült und 10 Minuten bei 95°C geseift.
Es resultiert ein bordofarbener Druck mit guten Echtheiten.

35

Beispiel 4

Ein Baumwollgewirk wird mit einer Druckfarbe folgender Zusammensetzung bedruckt:

40 70 g des Farbstoffes der Formel



55 5 g Natronlauge, 32,5%ig, und
150 g Wasser dispergiert. Die Dispersion wird in
500 g einer 5%igen wäßrigen Lösung eines Johannisbrotkernmehlcarboxymethyläthers als Verdickung ein-
getragen. Zu der Druckpaste werden
120 g n-Hexan-1,3,5-triol zugegeben. Mit
155 g Wasser oder der genannten Verdickung wird auf
60 1000 g aufgefüllt.

Das bedruckte Gewirk wird 5 Minuten bei 100°C im Satt dampf gedämpft und der üblichen Nachbehandlung unterzogen.
Es resultiert ein orangefarbener Druck mit guten Echtheiten.

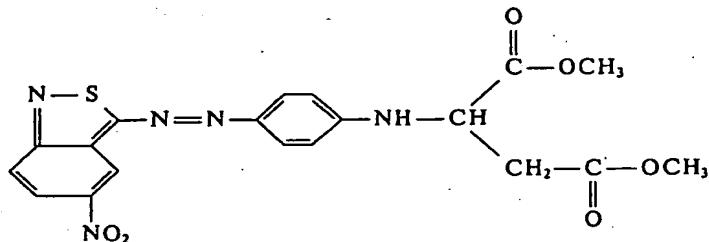
65

Beispiel 5

Ein Gewebe auf 65% Polyäthylenglykoltetraphthalatfasern und 35% Baumwolle wird mit einer Druckfarbe folgender Zusammensetzung bedruckt:

28 11 167

200 g der 10%igen Flüssig-Einstellung des Farbstoffs der Formel



werden in

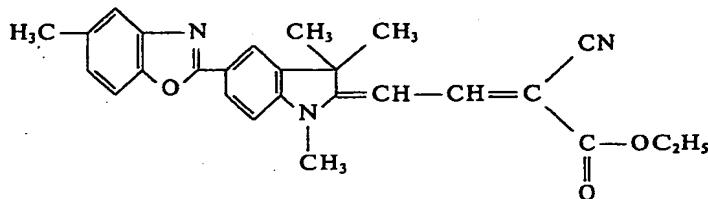
100 g Wasser dispergiert. Die Dispersion wird in
500 g einer 5%igen wäßrigen Lösung eines Johannisbrotkernmehlcarboxymethyläthers als Verdickung ein-
gerührt. Die Mischung wird mit
150 g n-Hexan-1,3,5-triol und
10 g Natriumformiat versetzt und mit
40 g Wasser oder der genannten Verdickung auf
1000 g komplettiert.

Das bedruckte und getrocknete Gewebe wird 6 Minuten bei 180°C in überhitztem Dampf gedämpft und wie
im Beispiel 1 nachbehandelt.

Man erhält einen rotvioletten Druck mit guten Echtheiten.

Beispiel 6

Ein Gewebe wie im Beispiel 5 wird mit einer Druckfarbe der Zusammensetzung wie im Beispiel 5 bedruckt, die jedoch statt des dort beschriebenen 80 g des Farbstoffes der Formel

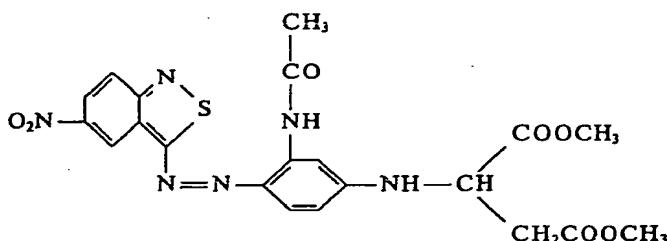


enthält.

Die Fixierung und Nachbehandlung wird ebenfalls wie im Beispiel 5 vorgenommen.
Es resultiert ein gelber Druck mit guten Echtheiten.

Beispiel 7

Ein Gewebe wie im Beispiel 5 wird mit einer Druckfarbe der Zusammensetzung wie im Beispiel 5 bedruckt, die jedoch statt der dort beschriebenen 200 g der 10%igen Flüssig-Einstellung des Farbstoffes der Formel



enthält.

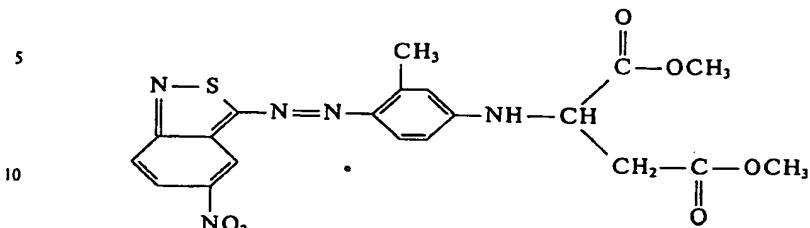
Die Fixierung und Nachbehandlung wird ebenfalls wie im Beispiel 5 vorgenommen.
Es entsteht ein grünstichig-blauer Druck mit guter Echtheiten.

Beispiel 8

Ein Baumwollgewebe wird mit einer Druckfarbe folgender Zusammensetzung bedruckt:

28 11 167

200 g der 10%igen Flüssig-Einstellung des Farbstoffs der Formel



28 11 167

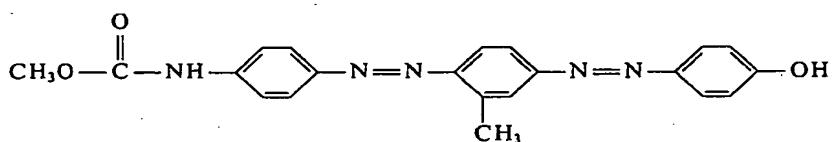
150 g Wasser dispergiert. Die Dispersion wird in
500 g einer 5%igen wäßrigen Lösung eines Johannisbrotkernmehlcarboxymethyläthers als Verdickung ein-
geführt. Der Mischung werden
150 g n-Hexan-1,3,5-triol und
20 g Natrium-mono-chloracetat zugegeben. Mit
110 g Wasser oder der genannten Verdickung wird auf
1000 g vervollständigt.

Das bedruckte und getrocknete Gewebe wird 5 Minuten im Sattdampf bei 100°C gedämpft und anschließend
60 Sekunden bei 200°C thermosoliert. Danach wird es der gleichen Nachbehandlung wie im Beispiel 1 unter-
worfen.

Es resultiert ein scharlachfarbener Druck mit befriedigenden Echtheiten.

Beispiel 11

Ein Gewebe wie im Beispiel 5 wird mit einer Druckfarbe der dort beschriebenen Zusammensetzung bedruckt,
welche jedoch als fargebende Komponente 80 g des Farbstoffs der Formel



enthält.

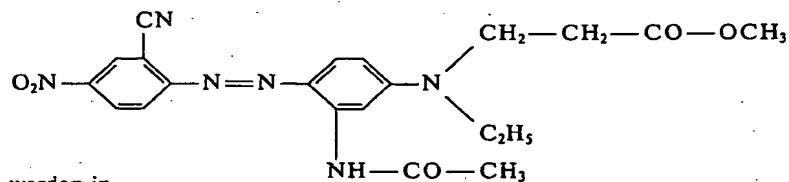
Das bedruckte und getrocknete Gewebe wird der gleichen Fixier- und Nachbehandlung wie im Beispiel 10
unterworfen.

Es entsteht ein orangefarbener Druck mit guten Echtheiten.

Beispiel 12

Ein Gewebe wie im Beispiel 5 wird mit einer Druckfarbe nachstehender Zusammensetzung bedruckt:

80 g des Farbstoffs der Formel



werden in

2 g Natronlauge, 32,5%ig, und
150 g Wasser dispergiert. Die Dispersion wird in
500 g einer 5%igen wäßrigen Lösung eines Johannisbrotkernmehlcarboxymethyläthers als Verdickung ein-
geführt. Zu der Druckpaste werden
60 g n-Hexan-1,3,5-triol und
60 g eines Polyäthylenglycols vom Mol-Gew. 600 zugegeben. Mit
148 g Wasser oder der genannten Verdickung wird auf
1000 g aufgefüllt.

Das bedruckte und getrocknete Gewebe wird 8 Minuten mit überhitztem Dampf bei 180°C gedämpft und
anschließend der gleichen Waschoperation wie im Beispiel 1 unterworfen.
Man erhält einen rotvioletten Druck mit befriedigenden Echtheiten.

Best Available Copy

THIS PAGE BLANK (USPTO)

Best Available Copy